**ICS 77.120.99**

**H 15**

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T xxx.x－20xx

氯铂酸化学分析方法 第1部分

铂含量的测定

氯化铵 重量法

**Chemicalanalysis methods of chloroplatinic acid**

**Part 1:Determination of platinum content-**

**ammonium chloridegravimetry**

（预审稿）

××××-××-××发布

××××-××-××实施

中华人民共和国工业和信息化部发布

前 言

《氯铂酸化学分析方法》分为两个部分：

 第1部分：铂量的测定 氯化铵 重量法；

 第2部分：：钯、金、铑、铁、铱、镍、铅、银、铜、锡、铬含量的测定 电感耦合等离子体质谱法。

本标准是按照 GB/T1.1-2009 给出的规则起草的。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC243）归口。

本标准负责起草单位：北京有色金属研究总院。

本标准参与起草单位：江西汉氏铂业有限公司、金川集团、广州有色金属研究总院、紫金矿业集团股份有限公司、徐州浩通新材料科技股份有限公司。

本标准主要起草人：

**氯铂酸化学分析方法第1部分铂含量的测定**

**氯化铵沉淀重量法**

##### 1 范围

本部分规定了氯铂酸中铂含量的测定方法。

本部分适用于氯铂酸中铂的测定，测定范围≥37.5%。

##### 2方法原理

试料以盐酸溶解，用饱和氯化铵沉淀，生成氯铂酸铵沉淀，过滤，在900℃马弗炉下，灼烧至恒重，并计算铂的质量分数。

##### 3试剂

如无特殊说明，在分析中仅使用确认为优级纯试剂和电阻率不于18.2MΩ.cm-1的一级水。

3.1盐酸（ρ 1.19 g/mL）。

3.2硝酸（ρ 1.42 g/mL）。

3.3无水乙醇。

3.4盐酸（1+1）。

3.5饱和氯化铵溶液。

3.7 铂标准贮存溶液：称取0.5000g金属铂（wPt≥99.99％）于200mL烧杯中，加入5mL硝酸（3.2）和15mL盐酸（3.1），盖上表面皿，在电热板上加热至全部溶解，蒸发至尽干，取下稍冷。加入10mL盐酸（3.,4），煮沸至驱尽氮的氧化物，取下冷却，将溶液移入500mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1000µg铂。

##### 4仪器

电感耦合等离子体原子发射光谱仪。

 铂元素推荐的最佳波长为214.423nm。

##### 5试样

将制备好的样品存于塑料管中，抽真空，密封储存。在密封状态下，将样品破碎成小颗粒。

##### 6分析步骤

##### 6.1试料

称取0.30 g试样，精确至0.0001 g。

##### 6.2测定次数

独立地进行两次测定，取其平均值。

##### 6.3测定

6.3.1 将试料（6.1）置于300 mL烧杯中，加入10 mL盐酸（3.4），盖上表面皿，加热至试料完全溶解，取下，冷却，以水吹洗表面皿和杯壁，加水至50mL。

6.3.2 加热溶液至沸腾，取下，以少量水吹洗表皿和杯壁，搅拌下加入45 mL饱和氯化铵溶液（3.5），并继续搅拌约3min，将溶液移至沸水浴上，放置1 h，过夜。

6.3.3将沉淀用慢速定量滤纸过滤。用乙醇（3.3）洗涤沉淀及烧杯各8次，滤液接于500 mL烧杯中。

6.3.4 将干净的瓷坩埚放入900oC马弗炉中，灼烧2h，取出，置于干燥器中1h，称重。重复以上步骤，直至恒重。

6.3.5 将沉淀连同滤纸置于已恒重的瓷坩埚中，在电炉上灰化。然后将坩埚移入马弗炉中，逐渐升温至900 oC，保温2 h。取出，置于干燥器中1h，称重。重复以上步骤，直至恒重。

6.3.6将滤液（6.3.3）加热蒸发至氯化铵析出，缓慢加入20 mL硝酸（3.2），盖上表面皿，加热以分解氯化铵。蒸发至小体积（若仍有氯化铵析出，可补加硝酸（3.2）），加入10盐酸（3.4），煮沸，取下，冷却。将溶液移入100 mL容量瓶中，定容，混匀。

6.3.7以电感耦合等离子原子发射光谱仪测定溶液中Pt的质量浓度，以补正称量法的测定结果。

6.3.7.1于一组100 mL 容量瓶中，分别加入0、0.5mL、1.00mL，1.50mL，2.00 mL铂标准贮存溶液（3.7），并分别加入10盐酸（3.4），定容，摇匀。此标准系列溶液1mL含铂依次为0μg、5.00μg 、10.00μg、15.00μg 、20.00μg。在选定的仪器工作条件下，于最佳波长处测量工作曲线溶液中Pt的光谱强度，并由计算机自动绘制工作曲线。

6.3.7.2以相同仪器参数，在最佳波长处测得滤液中Pt的质量浓度，计算出滤液中残留铂的质量。

##### 7 分析结果的计算

铂含量以铂的质量分数*w*Pt计，数值以%表示，按式（1）计算：

$$w\_{Pt}=\frac{\left（m\_{1}-m\_{0}\right）+m}{m} ×100\%……………………………\left（1\right）$$

式中：

*m*1 恒重后称得瓷坩埚和铂的质量，单位为克（g）；

*m*0 已恒重瓷坩埚的质量，单位为克（g）；

ρ 电感耦合等离子体原子发射光谱法补差得到的金的质量，单位为克（g）;

*m* 试料的质量，单位为克（g）。

计算结果表示到小数点后两位。

##### 8精密度

##### 8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(*r*)，超过重复性限(*r*)的情况不超过5%。

**表1重复性限**

|  |  |
| --- | --- |
| *w*Pt/% |  |
| r/% |  |

##### 8.2再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限（R），超过再现性限（R）的情况不超过5%，再现性限（R）按表6数据采用线性内插法求得。

**表2 再现性限**

|  |  |
| --- | --- |
| *w*Pt/% |  |
| *R*/% |  |

##### 9试验报告

本章规定试验报告所包括的内容。至少应给出以下几个方面的内容：

*——* 试样；

*——* 使用的标准，YS/T XX-XX；

*——* 使用的方法；

*——* 分析结果及其表示；

*——* 与基本分析步骤的差异；

*——* 测定中观察的异常现象；

*——* 实验日期。